

16 B 631
(26 B 151)

特 許 公 報

特許出願公告
昭37-9212

公 告 昭 37.7.25 出 願 昭 34.7.16 特 願 昭 34 - 22799
 発 明 者 三 宅 泰 治 倉敷市西津 1625
 出 願 人 倉敷レイヨン株式会社 倉敷市西津 1621
 代理人 弁理士 杉 村 信 近 外 1 名

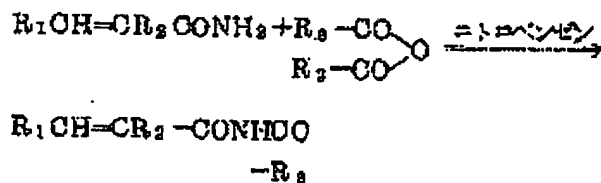
(全 1 頁)

アクリル酸イミド類の製造法

発明の詳細なる説明

本発明は重合体類製造原料として価値のある文献未載の新規化合物を含むアクリル酸イミド類の製造法に係るものであり、その特徴とする所はアクリル酸アミド又は置換アクリル酸アミドと飽和脂肪酸無水物又は不飽和脂肪酸無水物とをニトロベンゼンの存在下で反応して縮合せしめることにある。

本発明の方法の反応式を示せば次の通りである。



(R_1 , R_2 は H , アルキル基又はアリル基 R_2 はメチル基又は $CH_2=CH-$)

この縮合反応にあたり酸無水物はアルコール類又は水の存在により容易にエステル又は遊離酸となり、縮合反応の妨害となるからアルコール又は水の存在は避けねばならぬ。又所謂重合禁止剤としてビニル重合を禁止するハイドロキノン類は酸無水物の存在でエステル化され、目的とする物質の精製を困難にするために存在を許さない。然るに本発明方法の脱酸縮合反応は無水のニトロベンゼンを溶媒としてアクリル酸アミド類の 5~30 倍、酸無水物をアクリル酸アミド類に対し等モル以上使用して 80~160°C で 5~20 時間加熱することによりアクリル酸アミド類の重合を実質上困難を伴うことなく達成せられた。この系に於ても微量の重合物が生成されるがこれは濾過により容易に分離される。反応母液から浴温 100°C 以下 4 mmHg 以下の減圧で大部分溶媒を除去し後冷却により目的とする新規化合物類が結晶として分離される。

本発明の合成方法で製造される単量体は何れも重合性であり種々の有用な重合体を得ることができる。

アクリルアミド 20 g に無水酢酸 60 g、ニトロベンゼン 100 cc を加え 90±5°C で 7 時間縮合する。反応液中の塊状重合物を濾別し浴温 100°C 以下で減圧下にニトロベンゼンを除く。メタノールベンゼン系より再結晶し、更にベンゼンにて再結晶する。融点 100.5°C、エチルエーテル、石油エーテル、ベンゼン、アセトン、アルコール類、水に可溶、酢酸溶媒による分子量実測値 110、理論値 113、元素分析値もよく理論値と一致した。

実施例 2

ジアクリル酸イミドの製法

アクリル酸アミド 15 部とアクリル酸無水物 37 部の混合物に精製したニトロベンゼン 300 cc、脱水ベンゼン 10 部を加え油浴温 80~90°C で 6 時間加熱還流する。反応後一部析出した微量の塊状沈殿物を濾別して母液を減圧 3 mmHg 浴温 100°C にてニトロベンゼンの大部分を除去する。母液を冷却し針状無色の結晶を得た。融点 178°C

氷酢酸を溶媒とする氷点降下法による分子量測定値 122.2 で理論値 125 とよく一致する。

元素分析値は、

$C_8H_7NO_4$	C (%)	H (%)	N (%)
実 測 値	57.87	5.88	11.11
計 算 値	57.80	5.60	11.20

因みにアクリルアミドの結晶は無色板状、融点 84~5°C その元素分析値は、

$C(\%)=63.1$ $H(\%)=7.04$ $N(\%)=19.7$

であり本化合物は文献未載の化合物である。このものは加熱によつて容易に熱重合し樹脂を与える。

特許請求の範囲

アクリル酸アミド類と無水酢酸、又はアクリル酸無水物とをニトロベンゼンの存在下で加熱し、脱酸縮合を行わしめることを特徴とするアクリル酸イミド誘導体の製造法。

附 記